

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-70102

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和64年(1989)3月15日

B 01 D 7/00  
C 09 B 67/54

7308-4D  
7433-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 真空昇華精製装置

⑯ 特 願 昭62-226147

⑰ 出 願 昭62(1987)9月9日

⑱ 発 明 者 野 村 晋 一 神奈川県秦野市尾尻410-28  
⑲ 発 明 者 福 田 洋 一 東京都町田市鶴間421-44  
⑳ 発 明 者 須 田 文 之 神奈川県横浜市緑区美しが丘5-1-5-311  
㉑ 出 願 人 スタンレー電気株式会社 東京都目黒区中目黒2丁目9番13号  
㉒ 代 理 人 弁理士 平山 一幸 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

真空昇華精製装置

2. 特許請求の範囲

(1) 真空槽内に設けた昇華ポートに試料を載置して、真空中で該昇華ポートを加熱して該試料を昇華させ、昇華した試料を収集することにより昇華精製を行う、昇華性有機染料及び顔料等の真空昇華精製装置において、昇華した試料を収集するために、上記昇華ポートを包囲するように配置され且つ水平に延びる中心軸の回りに回転駆動される円筒状の収集ドラムが上記真空槽内に備えられていることを特徴とする、真空昇華精製装置。

(2) 前記収集ドラムが、その軸方向に沿って少なくとも一つのスリットを有しており、さらに該収集ドラムの内部の下側に配設された該収集ドラムの内面を掻き取るためのスクレーパーと、該収集ドラムの下方に配設され且つ上記スクレーパーにより該収集ドラムの内面

から掻き取られそのスリットを通過して落下する精製試料を受容するための回収容器とが備えられていることを特徴とする、特許請求の範囲第1項に記載の真空昇華精製装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、昇華性有機染料及び顔料等の真空昇華精製装置に関するものである。

(従来の技術及び問題点)

従来、昇華性有機染料及び顔料等を昇華精製する場合、例えば第3図に示すような真空昇華精製装置により昇華精製を行っていた。即ち、第3図において、真空昇華精製装置1は、真空槽2内の下部に設けられた昇華ポート3の上方に平板収集板4を配置した構成であり、昇華ポート3上に昇華精製すべき試料5を載置し、バルブ6を介して図示しない排気系によって該真空槽2内を真空排気した後、昇華用電源7をオンにして昇華ポート3を所定温度まで加熱する。これにより、昇華ポート3上の試料5は、昇華ポート3の温度が昇華

点付近に達したときから昇華しはじめ、昇華ポート3の上方に配置された平板収集板4の下面に付着する。

こうして、該平板収集板4の下面に付着した精製試料5'を回収することにより、試料5の昇華精製が行われる。

しかしながら、上記のような真空昇華精製装置1による試料5の昇華精製においては、真空槽2内の収集板4以外の部分にも昇華ポート3から昇華した精製試料5'が付着するため、昇華精製の後の装置1の清掃が面倒であると共に、平板収集板4の下面に付着して回収される精製試料5'の量が少なくなってしまい、昇華ポート3上に設置した試料5に対する精製効率が著しく低く、また昇華ポート3から昇華した試料5が排気系へも回り込むことによって一層精製効率が低下すると共に該排気系のポンプのオイルが劣化する等の機能低下を引き起こすことにもなる等の問題があった。

#### 〔発明の目的〕

本発明は、精製試料の収集部以外には精製試料

該収集ドラムの内面から掻き取られそのスリットを通過して落下する精製試料を受容するための回収容器とが備えられていることを特徴とする真空昇華精製装置によって達成される。

この発明によれば、昇華ポートが収集ドラム内に配設されていることから、昇華ポートから昇華した試料の蒸気は殆ど該収集ドラムの外へ出ることなく、該収集ドラムの内面に付着し、該収集ドラムの回転に伴ってその内部の下側に配設されたスクレーパーにより掻き取られ、このようにして掻き取られた精製試料は、該収集ドラムの回転によりそのスリットが該スクレーパーの手前に移動してきたときにこのスリットを通過して下方に落下し、回収容器内に受容されることになるので、精製試料の回収量が多くなって精製効率が極めて高くなると共に、収集ドラムの外側には昇華した試料が殆ど出ないため、装置内の清掃が容易になりしかも排気系に昇華した試料が回り込むことがなく、従って排気系の機能が低下するようなこともない。

が付着しないようにすることによって、収集効率を高めるとともに装置内の清掃等を容易にし、また排気系への試料の回り込みを低減させて、排気系の機能低下を防止するようにした、真空昇華精製装置を提供することを目的としている。

#### 〔問題点を解決するための手段及び作用〕

上記目的は、本発明によれば、真空槽内に設けた昇華ポートに試料を配置して、真空中で該昇華ポートを加熱して該試料を昇華させ、昇華した試料を収集することにより昇華精製を行う昇華性有機染料及び顔料等の真空昇華精製装置において、昇華した試料を収集するために、上記昇華ポートを包囲するように配置され且つ水平に延びる中心軸の回りに回転駆動される円筒状の収集ドラムが上記真空槽内に備えられており、好ましくは、上記収集ドラムが、その軸方向に沿って少なくとも一つのスリットを有しており、さらに該収集ドラムの内部の下側に配設された該収集ドラムの内面を掻き取るためのスクレーパーと、該収集ドラムの下方に配設されていて上記スクレーパーにより

#### 〔実施例〕

以下、図面に示した実施例に基づいて本発明を説明する。

第1図及び第2図は本発明による真空昇華精製装置の一実施例を示しており、本真空昇華精製装置10は、図示しない排気系によってバルブ11aを介して真空排気される真空槽11と、この真空槽11内のほぼ中央に固定配置されていて且つ昇華精製すべき試料5が配置されると共に昇華用電源12aにより加熱される昇華ポート12と、同じく上記真空槽11内で該昇華ポート12を包囲するように配置されていて水平に延びる中心軸の周りに回転可能に枢支されており且つ軸方向に沿って延びる少なくとも一つのスリット13aを有する円筒状の収集ドラム13と、この収集ドラム13内で昇華ポート12上に配設されていて且つ第2図に実線で示す開放位置と点線で示す閉鎖位置との間を回動されるシャッタ14と、真空槽11の外側に配置されており駆動軸に固着されたブリー15aと収集ドラム13の一端に固着されたブリー13bとの間に巻回されたベ

ルト15bを介して収集ドラム13を第2図矢印A方向に回転駆動せしめるモータ15とを有し、さらに上記収集ドラム13の内部においてその下側に配設されていて且つ該収集ドラム13の内面に接することによりその内面に付着した精製試料を掻き取るスクレーパー16と、該収集ドラム13の下方に配設されていて且つ該スクレーパー16により収集ドラム13の内面から掻き取られそのスリット13aを通過して落下する精製試料を受容する回収容器17と、から構成されている。

本発明による昇華精製装置の実施例は以上のように構成されており、試料Sを昇華精製する場合には、先ず昇華ポート12上に試料Sを搬置し、バルブ11aを介して図示しない排気系によって真空箱11内を真空排気する。尚、この場合シャッタ14は第2図に点線で示すように閉じておく。

次に、モータ15を回転させることにより、収集ドラム13を第2図の矢印A方向に回転駆動させ、真空箱11内が真空になったところで、昇華用電源12aをオンにし、昇華ポート12が所定温度になっ

空排気した後、昇華用電源12aをオンにして80Aの電流を流した。昇華ポート12の温度が220℃になったところで、シャッタ14を開放し、以後昇華ポート12の温度が260℃となるように昇華用電源12aからの電流を調整して、20分間放置して収集ドラム13の内面に精製試料S'を付着させた後、シャッタ14を閉じる。その後、真空箱11をリークさせ、回収容器17内に受容された精製試料、即ちβ-CuPcを回収したところ、その回収量は126gであった。この場合の精製効率は63%である。

尚、従来の平板収集板を利用した真空昇華精製装置によって、200gのβ-CuPcを昇華精製したところ、39gの精製試料が回収され、この場合の精製効率は20%以下であった。

かくして、本発明による真空昇華精製装置によれば、従来の装置による場合よりも約3倍以上の極めて高い精製効率で試料を昇華精製することが可能となる。

(発明の効果)

以上述べたように、本発明によれば、真空箱内

たときシャッタ14を第2図に実線で示すように開放する。ここで、一定時間放置することにより、昇華ポート12上の試料Sは、昇華して収集ドラム13の内面に付着し、このとき収集ドラム13が矢印A方向に回転駆動されていることから、その回転に伴って該収集ドラム13の内面に付着した精製試料S'は収集ドラム13内の下側に配設されたスクレーパー16により該収集ドラム13の内面から掻き取られる。

このようにして収集ドラム13の内面から掻き取られた精製試料S'は、上記収集ドラム13の回転によりそのスリット13aが上記スクレーパー16の手前に移動してきたとき(第2図参照)に該スリット13aを通過して下方に落下し、その下方に配設された回収容器17内に受容されて回収されることになる。

上述した真空昇華精製装置10を使用して昇華精製を行った実験例について述べると、先ず昇華ポート12上に精製すべき試料Sとして200gのβ-CuPcを搬置し、真空箱11内を $1 \times 10^{-3}$ Torrまで真

に設けた昇華ポートに試料を搬置して、真空中で該昇華ポートを加熱して該試料を昇華させ、昇華した試料を収集することにより昇華精製を行う、昇華性有機染料及び顔料等の真空昇華精製装置において、昇華した試料を収集するために、上記昇華ポートを包囲するように配置され且つ水平に延びる中心軸の回りに回転駆動される円筒状の収集ドラムが上記真空箱内に備えられており、好ましくは、上記収集ドラムが、その軸方向に沿って少なくとも一つのスリットを有しており、さらに該収集ドラムの内部の下側に配設された該収集ドラムの内面を掻き取るためのスクレーパーと、該収集ドラムの下方に配設され且つ上記スクレーパーにより該収集ドラムの内面から掻き取られそのスリットを通過して落下する精製試料を受容するための回収容器とが備えられている構成とすることにより、昇華ポートから昇華した試料の蒸気は殆ど収集ドラムの外へ出ることなく、該収集ドラムの内面に付着し、この収集ドラムの回転に伴ってその内部の下側に配設されたスクレーパーにより掻

き取られ、このようにして掻き取られた精製試料は、上記収集ドラムの回転によりそのスリットが該スクレーパーの手前に持ち来されたときに該スリットを通して下方に落下し、回収容器内に受容されることになる。

従って、精製試料の回収量が多くなって精製効率が極めて高くなると共に、収集ドラムの外側には昇華した試料が殆ど出ないため、装置内の清掃が容易になり、しかも排気系に昇華した試料が回り込むことがなく、これにより排気系の機能が低下するようなこともない。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明による真空昇華精製装置の一実施例を示す概略側面図、第2図は第1図の装置の概略正面図である。

第3図は従来の真空昇華精製装置の一例を示す概略図である。

10……真空昇華精製装置； 11……真空箱； 11a……バルブ； 12……昇華ポート； 12a……昇華用電源； 13……収集ドラム； 13a……スリット； 13b、15a……ブリー；

14……シャッタ； 15……モータ； 15b……ベルト； 16……スクレーパー； 17……回収容器； S……試料； S'……精製試料。

特許出願人：スタンレー電気株式会社  
代理人：弁理士 平山 一 幸  
同 弁理士 海津 保 三

